

PATENTANWÄLTE
GULDE HENGELHAUPT ZIEBIG

European Patent and Trademark Attorneys
Patente Marken Design Lizenzen

GULDE HENGELHAUPT ZIEBIG Schützenstraße 15-17, 10117 Berlin

Anmelder:

LayTec Gesellschaft für in-situ
und Nano-Sensorik
Hardenbergstr. 36

10623 Berlin

Klaus W. Gulde, Dipl.-Chem.
Jürgen D. Hengelhaupt, Dipl.-Ing.*
Dr. Marlene K. Ziebig, Dipl.-Chem.**
Wilfried H. Goesch, Dipl.-Ing.*

Schützenstraße 15-17
D-10117 Berlin

Tel.: 030/264 13 30

Fax: 030/264 18 38

e-mail: PatentAttorneys.GHZ@t-online.de

Internet: <http://www.berlin-patent.net>

Unser Zeich./our reference

P104200DE-Goe

Datum/date

Berlin, 30.11.2000

Verfahren zur Messung von Kennwerten, insbesondere der Tem-
peratur eines mehrschichtigen Materials während des Schich-
tenaufbaus

5

10

Verfahren zur Messung von Kennwerten, insbesondere der Temperatur eines mehrschichtigen Materials während des Schichtenaufbaus

15

Beschreibung

20

25

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Messung von Kennwerten, insbesondere der Temperatur eines mehrschichtigen Materials während des Schichtenaufbaus, insbesondere eines Halbleiterschichtsystems während der Epitaxie, bei konstanten Prozeßbedingungen. Das Verfahren kann in-situ bei der metallorganischen Gasphasenepitaxie (MOVPE), Molekularstrahlepitaxie (MBE) oder ähnlicher Verfahren angewandt werden und ermöglicht die Bestimmung der Probertemperatur unter Standardwachstumsbedingungen.

30

35

Die genaue Kenntnis der Temperatur ist für das Wachstum von Halbleiterschichtsystemen und Halbleiterbauelementen extrem wichtig, da praktisch alle wesentlichen Wachstumsparameter wie z.B. Wachstumsrate, Zusammensetzung, Dotierungseinbau temperaturabhängig sind. Natürlich können diese Kennwerte nach Ende des Wachstumsprozesses bestimmt werden. Zur Einflußnahme auf den Wachstumsprozeß und zur Übertragbarkeit der Prozeßbedingungen auf andere Anlagen ist jedoch die aktuelle Kenntnis der Temperatur unerlässlich.

40

Die Probertemperatur hängt wesentlich von äußeren Parametern (Belegung der Reaktorwände, Art des Trägergases, Form und

Größe des Probenträgers, dessen Rotationsgeschwindigkeit etc.) ab. Daher muß in der Praxis häufig eine Temperaturkalibrierung der Temperaturmeßeinrichtung durchgeführt werden (die alte Kalibrierung verliert bei Veränderung eines Parameters ihre Gültigkeit). Ein herkömmliches Verfahren zur Temperaturkalibrierung verwendet spezielle Kalibrierproben, z. B. Eutektika oder Schmelzproben. Diese Kalibrierung kann dann nur bei einer festen, durch den Schmelzpunkt oder Umschlagpunkt des Materials vorgegebenen Temperatur erfolgen. Ein Temperaturvergleich zwischen verschiedenen Reaktoren, z. B. zum Übertragen von Prozessen von einer Anlage auf die nächste, ist daher nur bei dieser einen Temperatur möglich. In der Regel liegt die eigentliche Wachstumstemperatur nicht bei dieser Umschlagtemperatur und das Verfahren ist daher zum Abgleich der eigentlichen Wachstumstemperatur nur bedingt geeignet und daher problematisch. Die Kalibrierung ist außerdem sehr zeitaufwendig.

Zur Temperaturmessung in einer MBE- oder MOVPE-Anlage sind im wesentlichen zwei Verfahren bekannt:

1. Messung mit Thermoelementen:

Im Probenträger (Suszeptor, i.d.R. aus Graphit gefertigt) auf dem die Probe liegt, befindet sich ein Thermoelement. Die vom Thermoelement gemessene Temperatur entspricht nur dann der wahren Probentemperatur, wenn die Probe mit dem Suszeptor im thermischen Gleichgewicht steht. Dies ist im Realfall nicht unbedingt der Fall. Moderne, kommerzielle Epitaxiesysteme verfügen i.d.R. über rotierende Proben. Bei der MOVPE ist der Suszeptor dabei oft mehrteilig. Im Hauptsuszeptor befindet sich ein zusätzlicher Teller der durch einen Gasstrom gedreht und getragen wird. Durch diese Konstruktion ist der thermische Kontakt zwischen geheiztem Suszeptor (mit Thermoelement) und Probe stark herabgesetzt. Zu-

sätzliche Effekte wie z.B. Kühlung durch den Gasstrom, veränderte Abstrahlung oder Ausbildung eines Strahlungsgleichgewichtes im Reaktor durch Belegung der Innenwände können zu weiteren Abweichungen führen. Genaue Form, Größe und Belegung des Suszeptors und des Reaktors haben einen Einfluß auf die Größe der Abweichung der Proben­temperatur von der Thermoelementtemperatur.

Mit Thermoelementen kann in jedem Fall nur die Temperatur des Suszeptors gemessen werden. Die wahre Temperatur der Probe kann davon abweichen, z.B. aufgrund veränderter Abstrahlung oder Ausbildung eines Strahlungsgleichgewichtes im reaktor oder eines schlechten thermischen Kontaktes.

2. Messung mit Pyrometern:

Große Multi-Wafer-Anlagen arbeiten mitunter mit planetarischer Rotation, das heißt, mehrere Probenträger drehen sich auf einem Teller um eine Achse und außerdem um sich selbst. Da sich hier Thermoelemente nicht einsetzen lassen, wird die Temperatur mittels Pyrometrie gemessen. Dabei wird die thermische Emission von infrarotem Licht der Probe detektiert. Das Verfahren setzt eine genaue Kenntnis der Emissivität des gemessenen Materials voraus, um aus der Messung die Temperatur fehlerfrei bestimmen zu können. Außerdem ist Pyrometrie nur in einem eingeschränkten Temperaturbereich verwendbar (ab ca. 300°C).

Um die Thermoelement- bzw. Pyrometertemperatur auf die wahre Proben­temperatur zu kalibrieren, werden, wie oben bereits beschrieben, Schmelzpunktbestimmungen oder Eutektikumskalibrierungen benutzt. Dabei werden spezielle Substanzen mit genau bekannten Schmelz- oder Umschlagpunkten im Epitaxiesystem erhitzt und die Temperaturdifferenz bestimmt. Dies kann nur in einem separaten Wachstums-Lauf erfolgen, da spe-

5 zielle, für das Wachstum nicht taugliche Proben benutzt werden müssen. Außerdem entsprechen nicht alle Bedingungen im Reaktor den realen Wachstumsbedingungen.

10 Es ist aus der US-A 5.403.433 außerdem bekannt, Reflexionsdaten zur Temperaturbestimmung heranzuziehen. Dabei wird die Lage der kritischen Punkte eines Halbleiters vermessen, indem die temperaturabhängige Verschiebung der fundamentalen Bandkante bestimmt wird. Letztere kann durch Messung des Streulichtes von der Probenrückseite bestimmt werden, da das
15 Streulicht nur dann meßbar ist, wenn die Probe für die verwendete Lichtwellenlänge durchsichtig wird. Nachteil ist, daß eine Transmissionsmessung aufwendig und in-situ kaum machbar ist. Außerdem ist die sehr genaue Kenntnis der optischen Eigenschaften des verwendeten Materials (Temperaturabhängigkeit der dielektrischen Funktion bzw. des Brechungsindex und der Absorptionskonstante) nötig.
20

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art anzugeben, das die in-situ-Messung
25 der Temperatur einer Probe bei wesentlich verringertem Aufwand erlaubt.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe gelöst durch die Merkmale im kennzeichnenden Teil des Anspruchs 1 im Zusammenwirken
30 mit den Merkmalen im Oberbegriff. Zweckmäßige Ausgestaltungen der Erfindung sind Gegenstand der Unteransprüche.

Danach wird das Material mit einer konstanten Beleuchtungsenergie beleuchtet, seine Reflektivität über der Zeit gemessen und daraus die Lage eines Extremwertes der Fabry-Perot-Oszillationen der jeweiligen Schicht bestimmt, aus der die
35 Schicht-Wachstumsrate und anhand vorermittelter Vergleichswerte die Prozeßtemperatur und/oder die Schichtzusammensetzung

5 zung ermittelt wird. In der folgenden Beschreibung wird aus
Gründen der einfacheren Darstellung davon ausgegangen, daß
als Extremwert das erste Minimum verwendet wird, das sich
meßtechnisch am schnellsten und leichtesten auswerten läßt.
Genauso gut könnte jedoch ein anderer Extremwert verwertet
10 werden.

Es wurde gefunden, daß sich durch Messung der Reflektivität
einer Probe nach Bestimmung des ersten Minimums der Fabry-
Perot-Oszillation direkt auf die Temperatur der Probe und
15 auf weitere Kennwerte schließen läßt, wenn die Photonenener-
gie während des Vorgangs, bei dem die Messung erfolgen soll,
konstant gehalten wird.

Die meisten Epitaxieanlagen können mit einem optisch trans-
parenten Fenster ausgestattet werden, so daß optische Mes-
sungen unter senkrechtem Einfall erfolgen können. Mittels
optischer Verfahren kann die Reflektivität der Probe gemes-
sen werden. Genauer gesagt, eine Meßgröße DC (Spannung eines
Detektors) ist der Reflektivität einer Probe sowie Einfluß-
20 faktoren der Meßanordnung proportional:

DC = Reflektivität * Apparatfunktion.

Die Apparatfunktion kann durch geeignetes Normieren des
Meßsignals eliminiert werden, so daß die Reflektivität als
30 solche bestimmt werden kann. Da auch der Bezugsmeßwert nicht
als absolute Größe bekannt sein muß, reicht die Messung der
auf ein Ausgangsmaterial bezogenen Reflektivität.

Das vorgestellte Verfahren basiert somit auf der Messung ei-
35 ner Detektorspannung DC bei einer festen Photonenenergie im
IR-, visuellen oder UV-Spektralbereich und der Bestimmung
eines ersten Minimums der Detektorspannung (Transientenmes-

5 sung) während des Wachstums eines definierten Schichtenstapels.

Um während des Wachstums des Schichtenstapels die Material-
 10 qualität zu überwachen, können vor und nach dem Wachstum
 RAS-Spektren (Reflexions-Anisotropie-Spektroskopie) gemessen
 werden. Zusätzlich kann ein RAS-Signal auch während des
 Wachstums parallel zur DC-Transiente gemessen werden. Auf-
 grund der hohen Oberflächensensitivität der RAS kann so eine
 Degradation der Schicht frühzeitig angezeigt werden.

15 Wird bei dem zum Stand der Technik oben beschriebenen Ver-
 fahren die Temperaturabhängigkeit der dielektrischen Funkti-
 on ausgenutzt, indem bei bekannter Temperaturabhängigkeit
 des Brechungsindex aus dem gemessenen Brechungsindex eine
 20 Temperatur abgeleitet wird, ist immer eine Datenbankauswer-
 tung notwendig, bei der der Wert des Brechungsindex für das
 benutzte Material mit der Temperatur verknüpft wird. Damit
 geht eine etwaige Ungenauigkeit in der Datenbank voll in die
 Temperaturmessung ein. Um den Brechungsindex überhaupt aus
 25 der gemessenen Kurve bestimmen zu können, ist in jedem Fall
 eine Simulation (Rechnung) der Messung mit Fit notwendig.

Nach dem vorliegenden Verfahren werden dagegen zum Vergleich
 von Temperaturen und zur Kalibrierung direkt gemessene Roh-
 30 daten, nämlich der Reflektivitätswert des ersten Minimums
 der Fabry-Perot-Oszillationen genutzt. Damit geht beim Rela-
 tivvergleich von Temperaturen, z. B. zwischen verschiedenen
 Anlagen, keine Datenbank ein und es ist keine Rechnung oder
 Simulation notwendig. Natürlich kann durch einen zusätzli-
 35 chen Datenbank-Fit die Meßgenauigkeit weiter erhöht werden.
 Erst wenn dem gemessenen Reflektivitätswert des Minimums ei-
 ne absolute Temperatur zugeordnet werden soll, ist eine
 Kalibrierkurve zum Ablesen des Temperaturwertes nötig. Aber

5 auch hierfür wird keine Datenbank für den Brechungsindex benötigt.

Die Erfindung soll nachstehend anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert werden. In den zugehörigen Zeichnungen zeigen

Fig. 1 eine an sich bekannte Anordnung zur kombinierten Reflexions- und RAS-Messung einer Probe,

15 Fig. 2 die Temperaturabhängigkeit des Realteils der dielektrischen Funktion für GaAs und AlAs,

Fig. 3 den Zusammenhang zwischen den Fabry-Perot-Oszillationen und der Temperatur,

20 Fig. 4 eine aus Datenbankspektren errechnete Kalibrierkurve für die Reflektivität in Abhängigkeit von der Temperatur,

25 Fig. 5 eine gemessene Kalibrierkurve für die Reflektivität in Abhängigkeit von der Temperatur,

Fig. 6 die Anwendung des Verfahrens für eine Kalibrierung von MOVPE-Reaktoren,

30 Fig. 7 den Zusammenhang zwischen den Fabry-Perot-Oszillationen und der Wachstumsrate bei der Epitaxie anhand einer Modellrechnung,

35 Fig. 8 den gemessenen und mit Datenbankwerten gefitteten Verlauf der Reflektivität bei einer bestimmten Temperatur,

Fig. 9 die Reflektivitäts-Transiente beim Wachsen eines ternären Materials,

Fig. 10 eine sich daraus ergebende Kalibrierkurve für den Al-Gehalts des ternären Materials und

Fig. 11 die Reflektivitäts-Transiente bei der Epitaxie eines 5-Schichten-Stapels.

Fig. 1 zeigt eine Anordnung zur kombinierten Reflexions- und RAS-Messung einer Probe in einer MOVPE-Anlage. Das Licht einer Xenonlampe 1 wird über ein Polarisationsprisma 2 und einen Strahlteiler 3 auf einen rotierenden Probenhalter 4 mit einer Probe 5 fokussiert. Ein erster Spiegel 6 dient zur Fokussierung des Lichts auf die Probe 5. Von der Probe 5 wird das Licht auf einen sphärischen Spiegel 7 reflektiert. Der sphärische Spiegel 7 hat eine kompensierende Funktion bezüglich der Taumbewegung, die der rotierende Probenträger 4 ausführt. Das Licht läuft dann in sich zurück zum Strahlteiler 3. Mittels eines Photoelastischen Modulators 8 kann das Licht moduliert und über ein weiteres Polarisationsprisma 9 abgefragt werden. Über weitere Spiegel 10, 11 wird das Licht auf einen Monochromator 12 fokussiert und mittels eines Silizium-Dioden-Detektors 13 detektiert.

Der Probenträger 4 befindet sich dabei in einem MOVPE-Reaktor 14, wobei das Licht durch ein optisches Fenster 15 auf die Probe 5 gelangt.

Der am Anfang und gegebenenfalls auch am Ende an Hand der Detektorspannung DC gemessene Buffer (Material A) erlaubt eine Normierung der gemessenen Transiente, was zur Eliminierung der Apparatefunktion führt:

$$DC/DC_{\text{Material A}} = R/R_{\text{Material A}}$$

5

Die Apparatefunktion enthält alle Anteile des Meßsignals, die nicht von der Probe, sondern nur vom verwendeten optischen System abhängen; z.B. ist das die Intensitätsverteilung der Xenonlampe 1, die spektrale Empfindlichkeit des Detektors 13 etc.

10

Die Reflektivität der Probe 5 hängt von den optischen Eigenschaften (dielektrische Funktion ϵ_1 , ϵ_2 bzw. Brechungsindex n und Absorption k) ab, die temperaturabhängig sind. Beim Wachstum beobachtet man aufgrund des Brechungsindex-Unterschiedes und der sich einstellenden Vielstrahlinterferenz an der Probenoberfläche die bekannten Fabry-Perot-Oszillationen.

15

Es wurde nun gefunden, daß die Tiefe des ersten Minimums der Fabry-Perot-Oszillationen während des Wachstums von Material B direkt als Maß für die Temperatur genutzt werden kann, wenn die Reflektivität an einer geeigneten, konstant gehaltenen Photonenenergie gemessen wird. Die Tiefe dieses Minimums hängt nur von der Temperatur ab und nicht von anderen Parametern wie z.B. der Wachstumsrate. Das Minimum stellt sich bei dem Wachstumsprozeß je nach der angestrebten Wachstumsrate innerhalb weniger Sekunden oder Minuten ein.

20

25

30

Um auf diese einfache Weise die Temperaturabhängigkeit der dielektrischen Funktion zu messen, muß die Photonenenergie geeignet gewählt werden. Fig. 2 zeigt als Beispiel die Temperaturabhängigkeit des Realteils der dielektrischen Funktion für GaAs und AlAs. Für das Verfahren wird zweckmäßig eine energetische Position verwendet, bei der die Temperaturempfindlichkeit des einen Materials groß ist, während die des anderen Materials klein ist. Zusätzlich sollte bei dieser Energie im betrachteten Temperaturbereich kein kritischer

35

Punkt liegen, sondern ein monotoner Bereich. Dadurch, daß bei GaAs und AlAs die jeweiligen kritischen Punkte weit getrennt liegen, läßt sich ein Energiebereich finden, in dem diese Forderungen gut erfüllt sind: $E = 2.6 \dots 3.1$ eV (gestrichelter Bereich). In diesem Bereich gilt: $R = R(\epsilon_1)$ (da AlAs fast absorptionsfrei ist) und $\epsilon_1(\text{AlAs}) \approx \text{const}$, somit ist die Temperaturabhängigkeit von GaAs über $\epsilon_1(\text{GaAs})$ direkt als $\epsilon_1(T)$ meßbar.

Fig. 3 zeigt die Abhängigkeit des ersten Minimums der Fabry-Perot-Oszillationen von der Temperatur anhand eines Schichtenstapels, wobei für das Verfahren folgendes Materialsystem gewählt wurde:

Material A (Substrat) = Galliumarsenid (GaAs)

Material B (erste Schicht) = Aluminiumarsenid (AlAs), 50 nm

Material A (zweite Schicht) = Galliumarsenid (GaAs), 200 nm

Die Lage des Minimums verschiebt sich, wobei sich auch dessen Tiefe verändert. Die Darstellung zeigt, daß der Wert des Reflexionsparameters R/R_{GaAs} an der Stelle des Minimums als ein Maß für die aktuelle Temperatur herangezogen werden kann.

Da der gemessene Relativwert des Reflexionsparameters $R_{\text{Schicht}}/R_{\text{GaAs}}$ an der Stelle des Minimums ein Maß für die Temperatur ist, kann für Relativvergleiche zwischen verschiedenen Wachstumsanlagen diese Größe sofort herangezogen werden, ohne daß Absolutwerte der Reflektivität bekannt sein müssen. Für die Messung einer absoluten Temperatur muß entweder eine genaue Datenbank der dielektrischen Funktionen der beiden verwendeten Materialien A und B zur Verfügung stehen (Erstellung solch einer Datenbank über in-situ Messungen mit

spektroskopischer Ellipsometrie oder mit Reflexionsmessungen wie hier vorgestellt) oder ein Kalibrierpunkt mittels Eutektikumseichung erzeugt werden. Die so erhaltene Kalibrierkurve ist dann universell an jeder Epitaxieanlage gültig.

In Fig. 4 ist eine solche, aus Datenbankspektren berechnete Kalibrierkurve aufgetragen.

In Fig. 5 ist eine sich aus den Messungen der Minima bei verschiedenen Temperaturen ergebende Kalibrierkurve ebenfalls für eine Photonenenergie von $E = 2,65 \text{ eV}$ dargestellt. Gezeigt ist der für die III-V-Epitaxie interessante Temperaturbereich.

Mit einer solchen Kalibrierkurve ist es dann möglich, andere vorhandene Temperaturmeßeinrichtungen, wie sie eingangs beschrieben wurden, zu kalibrieren.

Fig. 6 zeigt eine solche Kalibrierung verschiedener Anlagen. Eingetragen sind Meßwerte von drei verschiedenen MOVPE-Anlagen mit rotierender und nichtrotierender Probe. Die Proben-temperatur wird mittels Thermoelementen gemessen. Die nominellen, von den Thermoelementen angezeigten Temperaturen der rotierenden Proben (gestrichelte Geraden) weichen deutlich voneinander und von der der nichtrotierenden Probe ab. Die Messung der nichtrotierenden Probe zeigt hinreichend genau die wahre Temperatur. Aus der Forderung, daß die Kurven alle deckungsgleich sein sollen, kann die Temperaturabweichung für jeden Reaktor bestimmt werden.

Fig. 7 zeigt die Verschiebung der ersten Minima der Fabry-Perot-Oszillationen bei einer konstanten Temperatur und verschiedenen Wachstumsraten. Erkennbar ist, daß die Minima gleich tief sind, sich jedoch mit sinkender Wachstumsrate

auf der Zeitachse verschieben. Bei ansonsten gleichbleibenden Bedingungen kann deshalb auch die Wachstumsrate der Schichten aus der gemessenen Transiente bestimmt werden.

Hierfür werden Transienten für mehrere Wachstumsraten ermittelt, von denen eine in Fig. 8 gezeigt ist. Zur präziseren Auswertung der gemessenen Reflexionstransienten kann der Kurvenverlauf mittels Datenbanken simuliert werden und die entsprechenden Parameter (Brechungsindex n , Absorption k , Wachstumsraten r_1 , r_2) angepaßt/gefittet werden. Dies erlaubt entweder eine sehr genaue, vom Rauschen der einzelnen Meßpunkte im Minimum entkoppelte Bestimmung der Tiefe des Minimums oder alternativ bei bekannter Temperatur die Erstellung/Verbesserung einer Datenbank für diese Werte, die als solche später zum Vergleich mit gemessenen Kurven dienen kann.

Durch Erweiterung des Schichtenstapels um zwei weitere Schichten kann mit dem Verfahren im gleichen Run neben der Temperatur auch die Komposition eines ternären Materials nebst der zugehörigen Wachstumsrate gemessen werden. Der Schichtenstapel wird dann beispielsweise wie folgt gewählt:
Material A - ca. 50 nm Material B - ca. 200 nm Material A - ca. 50 nm ternäres Material C - ca. 200 nm Material A.

Aus den ersten drei Schichten wird wie oben erläutert die Temperatur sowie die Wachstumsraten von Material A und B bestimmt. Mit der nun bekannten Temperatur ist es möglich, aus den letzten beiden Schichten die Zusammensetzungsabhängigkeit der dielektrischen Funktion von Material C von der Temperaturabhängigkeit zu trennen, wenn zuvor eine Kalibrierkurve für die Zusammensetzung des ternären Materials C ermittelt wurde. Damit kann die Tiefe des ersten Minimums der Fabry-Perot-Oszillationen des ternären Materials C direkt

als Maß für die Zusammensetzung von Material C benutzt werden. Denn genau wie die Temperatur verändert die Zusammensetzung den Brechungsindex und damit die dielektrische Funktion. Durch die geschickte Wahl des Schichtenstapels und den zweistufigen Meßprozeß, können beide Effekte sauber getrennt werden.

Die Fig. 9 bis 11 zeigen die Anwendung dieser Methode für $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$. Gemäß Fig. 9 wird die Transiente für das ternäre Material C $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ gemessen. Aus den Minima der ersten Fabry-Perot-Oszillation läßt sich eine Kalibrierkurve in Abhängigkeit vom Al-Gehalt ermitteln, wie Fig. 10 zeigt. Fig. 11 zeigt eine Simulation einer kompletten Messung zur Bestimmung von Wachstumsrate (r), Temperatur (T) und Aluminium-Gehalt (x) in einem Run.

Der besondere Vorteil des Verfahrens ist die einfache Entkopplung von den Effekten, die durch Wachstumsratenänderung verursacht werden, von denen, die durch Temperaturveränderung verursacht werden. Nur durch die geschickte Wahl des Schichtenstapels und die Messung bei einer geeigneten Photonenenergie können Wachstumsrate und Temperatur aus einer Transiente eindeutig bestimmt werden. Damit ist auch der Vergleich von Temperaturen zwischen verschiedenen Wachstumsanlagen möglich.

Die Messung kann insbesondere dann als verläßlich gelten, wenn vor und nach dem Wachstum eines A-B-A-Schichtenstapels der Wert der Reflektivität gleich groß ist. Dies ist der Grund, warum in der Schichtstruktur vor und nach der Schicht B zweckmäßig eine Schicht A gewachsen wird.

Durch Degradation der Schichten könnte eine fehlerhafte Temperaturinformation gemessen werden. Jedoch bietet ein

gleichzeitig gemessenes RAS-Signal ein "Frühwarnsystem", da sich Degradationen im RAS-Signal deutlich früher zeigen, als in der Reflektivität der Probe.

Der Temperaturbereich, in dem das Verfahren angewandt werden kann, ist praktisch nicht beschränkt, sofern mit einer geeigneten Photonenenergie gearbeitet wird, und solange für das benutzte Material einkristallines Wachstum (Epitaxie) möglich ist.

Es ist sicherzustellen, daß die Messungen immer bei der exakt gleichen Photonenenergie erfolgen. Bei Verwendung einer Xenon-Hochdrucklampe als Lichtquelle für das Reflektometer kann die Lage der Emissionslinie bei $E=2.65\text{eV}$ ausgenutzt werden. Die spektrale Lage der Linie hängt von praktisch keinen äußeren Parametern ab und kann daher auch probenunabhängig genau angefahren werden.

Die Genauigkeit des Verfahrens hängt dann im wesentlichen nur vom Signal-Rausch-Verhältnis des für die Reflexionsmessung verwendeten Spektrometers ab. Für das gezeigte Beispiel erlaubte das Signal-Rausch-Verhältnis des optischen Systems eine Meßgenauigkeit von $\pm 5\text{K}$.

Das Verfahren kann vor jedem Epitaxieablauf zur präzisen Temperaturkalibrierung eines Thermoelements oder Pyrometers eingesetzt werden (Zeitaufwand kleiner 1h). Die erreichbare Genauigkeit der Temperaturmessung für vergleichende Messungen beträgt mindestens $\pm 5\text{K}$. Damit ist ein Kalibrieren der Reaktortemperatur für die tatsächlich vorhandene Suszeptor/Reaktorkonfiguration möglich.

- 5 Bei horizontalen Ein-Wafer-Reaktoren hängt die wahre Proben-
temperatur auch vom Belegungszustand des Liner-Rohres ab
(Temperaturdifferenz $\geq 10\text{K}$), während das Thermoelement kon-
stante Temperatur anzeigt. Diese sonst nicht meßbare Tempe-
raturdifferenz kann mittels des vorgestellten Verfahrens ge-
10 messen werden.

11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65
66
67
68
69
70
71
72
73
74
75
76
77
78
79
80
81
82
83
84
85
86
87
88
89
90
91
92
93
94
95
96
97
98
99
100
101
102
103
104
105
106
107
108
109
110
111
112
113
114
115
116
117
118
119
120
121
122
123
124
125
126
127
128
129
130
131
132
133
134
135
136
137
138
139
140
141
142
143
144
145
146
147
148
149
150
151
152
153
154
155
156
157
158
159
160
161
162
163
164
165
166
167
168
169
170
171
172
173
174
175
176
177
178
179
180
181
182
183
184
185
186
187
188
189
190
191
192
193
194
195
196
197
198
199
200
201
202
203
204
205
206
207
208
209
210
211
212
213
214
215
216
217
218
219
220
221
222
223
224
225
226
227
228
229
230
231
232
233
234
235
236
237
238
239
240
241
242
243
244
245
246
247
248
249
250
251
252
253
254
255
256
257
258
259
260
261
262
263
264
265
266
267
268
269
270
271
272
273
274
275
276
277
278
279
280
281
282
283
284
285
286
287
288
289
290
291
292
293
294
295
296
297
298
299
300
301
302
303
304
305
306
307
308
309
310
311
312
313
314
315
316
317
318
319
320
321
322
323
324
325
326
327
328
329
330
331
332
333
334
335
336
337
338
339
340
341
342
343
344
345
346
347
348
349
350
351
352
353
354
355
356
357
358
359
360
361
362
363
364
365
366
367
368
369
370
371
372
373
374
375
376
377
378
379
380
381
382
383
384
385
386
387
388
389
390
391
392
393
394
395
396
397
398
399
400
401
402
403
404
405
406
407
408
409
410
411
412
413
414
415
416
417
418
419
420
421
422
423
424
425
426
427
428
429
430
431
432
433
434
435
436
437
438
439
440
441
442
443
444
445
446
447
448
449
450
451
452
453
454
455
456
457
458
459
460
461
462
463
464
465
466
467
468
469
470
471
472
473
474
475
476
477
478
479
480
481
482
483
484
485
486
487
488
489
490
491
492
493
494
495
496
497
498
499
500
501
502
503
504
505
506
507
508
509
510
511
512
513
514
515
516
517
518
519
520
521
522
523
524
525
526
527
528
529
530
531
532
533
534
535
536
537
538
539
540
541
542
543
544
545
546
547
548
549
550
551
552
553
554
555
556
557
558
559
560
561
562
563
564
565
566
567
568
569
570
571
572
573
574
575
576
577
578
579
580
581
582
583
584
585
586
587
588
589
590
591
592
593
594
595
596
597
598
599
600
601
602
603
604
605
606
607
608
609
610
611
612
613
614
615
616
617
618
619
620
621
622
623
624
625
626
627
628
629
630
631
632
633
634
635
636
637
638
639
640
641
642
643
644
645
646
647
648
649
650
651
652
653
654
655
656
657
658
659
660
661
662
663
664
665
666
667
668
669
670
671
672
673
674
675
676
677
678
679
680
681
682
683
684
685
686
687
688
689
690
691
692
693
694
695
696
697
698
699
700
701
702
703
704
705
706
707
708
709
710
711
712
713
714
715
716
717
718
719
720
721
722
723
724
725
726
727
728
729
730
731
732
733
734
735
736
737
738
739
740
741
742
743
744
745
746
747
748
749
750
751
752
753
754
755
756
757
758
759
760
761
762
763
764
765
766
767
768
769
770
771
772
773
774
775
776
777
778
779
780
781
782
783
784
785
786
787
788
789
790
791
792
793
794
795
796
797
798
799
800
801
802
803
804
805
806
807
808
809
810
811
812
813
814
815
816
817
818
819
820
821
822
823
824
825
826
827
828
829
830
831
832
833
834
835
836
837
838
839
840
841
842
843
844
845
846
847
848
849
850
851
852
853
854
855
856
857
858
859
860
861
862
863
864
865
866
867
868
869
870
871
872
873
874
875
876
877
878
879
880
881
882
883
884
885
886
887
888
889
890
891
892
893
894
895
896
897
898
899
900
901
902
903
904
905
906
907
908
909
910
911
912
913
914
915
916
917
918
919
920
921
922
923
924
925
926
927
928
929
930
931
932
933
934
935
936
937
938
939
940
941
942
943
944
945
946
947
948
949
950
951
952
953
954
955
956
957
958
959
960
961
962
963
964
965
966
967
968
969
970
971
972
973
974
975
976
977
978
979
980
981
982
983
984
985
986
987
988
989
990
991
992
993
994
995
996
997
998
999
1000
1001
1002
1003
1004
1005
1006
1007
1008
1009
1010
1011
1012
1013
1014
1015
1016
1017
1018
1019
1020
1021
1022
1023
1024
1025
1026
1027
1028
1029
1030
1031
1032
1033
1034
1035
1036
1037
1038
1039
1040
1041
1042
1043
1044
1045
1046
1047
1048
1049
1050
1051
1052
1053
1054
1055
1056
1057
1058
1059
1060
1061
1062
1063
1064
1065
1066
1067
1068
1069
1070
1071
1072
1073
1074
1075
1076
1077
1078
1079
1080
1081
1082
1083
1084
1085
1086
1087
1088
1089
1090
1091
1092
1093
1094
1095
1096
1097
1098
1099
1100
1101
1102
1103
1104
1105
1106
1107
1108
1109
1110
1111
1112
1113
1114
1115
1116
1117
1118
1119
1120
1121
1122
1123
1124
1125
1126
1127
1128
1129
1130
1131
1132
1133
1134
1135
1136
1137
1138
1139
1140
1141
1142
1143
1144
1145
1146
1147
1148
1149
1150
1151
1152
1153
1154
1155
1156
1157
1158
1159
1160
1161
1162
1163
1164
1165
1166
1167
1168
1169
1170
1171
1172
1173
1174
1175
1176
1177
1178
1179
1180
1181
1182
1183
1184
1185
1186
1187
1188
1189
1190
1191
1192
1193
1194
1195
1196
1197
1198
1199
1200
1201
1202
1203
1204
1205
1206
1207
1208
1209
1210
1211
1212
1213
1214
1215
1216
1217
1218
1219
1220
1221
1222
1223
1224
1225
1226
1227
1228
1229
1230
1231
1232
1233
1234
1235
1236
1237
1238
1239
1240
1241
1242
1243
1244
1245
1246
1247
1248
1249
1250
1251
1252
1253
1254
1255
1256
1257
1258
1259
1260
1261
1262
1263
1264
1265
1266
1267
1268
1269
1270
1271
1272
1273
1274
1275
1276
1277
1278
1279
1280
1281
1282
1283
1284
1285
1286
1287
1288
1289
1290
1291
1292
1293
1294
1295
1296
1297
1298
1299
1300
1301
1302
1303
1304
1305
1306
1307
1308
1309
1310
1311
1312
1313
1314
1315
1316
1317
1318
1319
1320
1321
1322
1323
1324
1325
1326
1327
1328
1329
1330
1331
1332
1333
1334
1335
1336
1337
1338
1339
1340
1341
1342
1343
1344
1345
1346
1347
1348
1349
1350
1351
1352
1353
1354
1355
1356
1357
1358
1359
1360
1361
1362
1363
1364
1365
1366
1367
1368
1369
1370
1371
1372
1373
1374
1375
1376
1377
1378
1379
1380
1381
1382
1383
1384
1385
1386
1387
1388
1389
1390
1391
1392
1393
1394
1395
1396
1397
1398
1399
1400
1401
1402
1403
1404
1405
1406
1407
1408
1409
1410
1411
1412
1413
1414
1415
1416
1417
1418
1419
1420
1421
1422
1423
1424
1425
1426
1427
1428
1429
1430
1431
1432
1433
1434
1435
1436
1437
1438
1439
1440
1441
1442
1443
1444
1445
1446
1447
1448
1449
1450
1451
1452
1453
1454
1455
1456
1457
1458
1459
1460
1461
1462
1463
1464
1465
1466
1467
1468
1469
1470
1471
1472
1473
1474
1475
1476
1477
1478
1479
1480
1481
1482
1483
1484
1485
1486
1487
1488
1489
1490
1491
1492
1493
1494
1495
1496
1497
1498
1499
1500
1501
1502
1503
1504
1505
1506
1507
1508
1509
1510
1511
1512
1513
1514
1515
1516
1517
1518
1519
1520
1521
1522
1523
1524
1525
1526
1527
1528
1529
1530
1531
1532
1533
1534
1535
1536
1537
1538
1539
1540
1541
1542
1543
1544
1545
1546
1547
1548
1549
1550
1551
1552
1553
1554
1555
1556
1557
1558
1559
1560
1561
1562
1563
1564
1565
1566
1567
1568
1569
1570
1571
1572
1573
1574
1575
1576
1577
1578
1579
1580
1581
1582
1583
1584
1585
1586
1587
1588
1589
1590
1591
1592
1593
1594
1595
1596
1597
1598
1599
1600
1601
1602
1603
1604
1605
1606
1607
1608
1609
1610
1611
1612
1613
1614
1615
1616
1617
1618
1619
1620
1621
1622
1623
1624
1625
1626
1627
1628
1629
1630
1631
1632
1633
1634
1635
1636
1637
1638
1639
1640
1641
1642
1643
1644
1645
1646
1647
1648
1649
1650
1651
1652
1653
1654
1655
1656
1657
1658
1659
1660
1661
1662
1663
1664
1665
1666
1667
1668
1669
1670
1671
1672
1673
1674
1675
1676
1677
1678
1679
1680
1681
1682
1683
1684
1685
1686
1687
1688
1689
1690
1691
1692
1693
1694
1695
1696
1697
1698
1699
1700
1701
1702
1703
1704
1705
1706
1707
1708
1709
1710
1711
1712
1713
1714
1715
1716
1717
1718
1719
1720
1721
1722
1723
1724
1725
1726
1727
1728
1729
1730
1731
1732
1733
1734
1735
1736
1737
1738
1739
1740
1741
1742
1743
1744
1745
1746
1747
1748
1749
1750
1751
1752
1753
1754
1755
1756
1757
1758
1759
1760
1761
1762
1763
1764
1765
1766
1767
1768
1769
1770
1771
1772
1773
1774
1775
1776
1777
1778
1779
1780
1781
1782
1783
1784
1785
1786
1787
1788
1789
1790
1791
1792
1793
1794
1795
1796
1797
1798
1799
1800
1801
1802
1803
1804
1805
1806
1807
1808
1809
1810
1811
1812
1813
1814
1815
1816
1817
1818
1819
1820
1821
1822
1823
1824
1825
1826
1827
1828
1829
1830
1831
1832
1833
1834
1835
1836
1837
1838
1839
1840
1841
1842
1843
1844
1845
1846
1847
1848
1849
1850
1851
1852
1853
1854
1855
1856
1857
1858
1859
1860
1861
1862
1863
1864
1865
1866
1867
1868
1869
1870
1871
1872
1873
1874
1875
1876
1877
1878
1879
1880
1881
1882
1883
1884
1885
1886
1887
1888
1889
1890
1891
1892
1893
1894
1895
1896
1897
1898
1899
1900
1901
1902
1903
1904
1905
1906
1907
1908
1909
1910
1911
1912
1913
1914
1915
1916
1917
1918
1919
1920
1921
1922
1923
1924
1925
1926
1927
1928
1929
1930
1931
1932
1933
1934
1935
1936
1937
1938
1939
1940
1941
1942
1943
1944
1945
1946
1947
1948
1949
1950
1951
1952
1953
1954
1955
1956
1957
1958
1959
1960
1961
1962
1963
1964
1965
1966
1967
1968
1969
1970
1971
1972
1973
1974
1975
1976
1977
1978
1979
1980
1981
1982
1983
1984
1985
1986
1987
1988
1989
1990
1991
1992
1993
1994
1995
1996
1997
1998
1999
2000
2001
2002
2003
2004
2005
2006
2007
2008
2009
2010
2011
2012
2013
2014
2015
2016
2017
2018
2019
2020
2021
2022
2023
2024
2025
2026
2027
2028
2029
2030
2031
2032
2033
2034
2035
2036
2037
2038
2039
2040
2041
2042
2043
2044
2045
2046
2047
2048
2049
2050
2051
2052
2053
2054
2055
2056
2057
2058
2059
2060
2061
2062
2063
2064
2065
2066
2067
2068
2069
2070
2071
2072
2073
2074
2075
2076
2077
2078
2079
2080
2081
2082
2083
2084
2085
2086
2087
2088
2089
2090
2091
2092
2093
2094
2095
2096
2097
2098
2099
2100
2101
2102
2103
2104
2105
2106
2107
2108
2109
2110
2111
2112
2113
2114
2115
2116
2117
2118
2119
2120
2121
2122
2123
2124
2125
2126
2127
2128
2129
2130
2131
2132
2133
2134
2135
2136
2137
2138
2139
2140
2141
2142
2143
2144
2145
2146
2147
2148
2149
2150
2151
2152
2153
2154
2155
2156
2157
2158
2159
2160
2161
2162
2163
2164
2165
2166
2167
2168
2169
2170
2171
2172
2173
2174
2175
2176
2177
2178
2179
2180
2181
2182
2183
2184
2185
2186
2187
2188
2189
2190
2191
2192
2193
2194
2195
2196
2197
2198
2199
2200
2201
2202
2203
2204
2205
2206
2207
2208
2209
2210
2211
2212
2213
2214
2215
2216
2217
2218
2219
2220
2

Bezugszeichenliste

| | | |
|----|----|--------------------------|
| | 1 | Xenonlampe |
| | 2 | Polarisationsprisma |
| | 3 | Strahlteiler |
| 10 | 4 | Probenhalter |
| | 5 | Probe |
| | 6 | Spiegel |
| | 7 | Sphärischer Spiegel |
| | 8 | Modulator |
| 15 | 9 | Polarisationsprisma |
| | 10 | Spiegel |
| | 11 | Spiegel |
| | 12 | Monochromator |
| | 13 | Silizium-dioden-Detektor |
| 20 | 14 | MOVPE-Reaktor |
| | 15 | Optisches Fenster |
| | T | Temperatur |
| | r | Wachstumsrate |
| | x | Aluminiumgehalt |
| 25 | | |

5

Patentansprüche

- 10 1. Verfahren zur Messung von Kennwerten, insbesondere der
Temperatur eines mehrschichtigen Materials während des
Schichtenaufbaus, insbesondere eines Halbleiterschicht-
systems während der Epitaxie, bei konstanten Prozeßbe-
dingungen,
15 dadurch gekennzeichnet, daß
das Material mit einer konstanten Beleuchtungsenergie
beleuchtet, seine Reflektivität über der Zeit gemessen
und daraus die Lage eines Extremwertes der Fabry-Perot-
Oszillationen der jeweiligen Schicht bestimmt wird, aus
20 der die Schicht-Wachstumsrate und anhand vorermittelter
Vergleichswerte die Prozeßtemperatur und/oder die
Schichtzusammensetzung ermittelt wird.
- 24 2. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, daß
als Extremwert das erste Minimum der Fabry-Perot-
Oszillationen verwertet wird.
- 30 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,
gekennzeichnet dadurch, daß
die aktuell gemessene Reflektivität zur Reflektivität
eines Referenzmaterials, auf dem mindestens eine Schicht
35 aufgebaut wird, ins Verhältnis gesetzt wird.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

5 gekennzeichnet dadurch, daß
 am Ende eines Prozeßschrittes oder des gesamten Prozes-
 ses eine Schicht aus dem gleichen Material wie ein Sub-
 stratmaterial, auf dem mindestens eine Schicht aufgebaut
 wird, gewachsen und dessen Kennwerte mit den zu Beginn
 10 des Prozesses vorliegenden Kennwerten verglichen werden.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
 gekennzeichnet dadurch, daß
 15 die Materialeigenschaften während des Prozesses zeitpa-
 rallel, mindestens aber vor Prozeßbeginn und nach Prozeß-
 sende durch eine RAS-Messung überwacht werden.

20 6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
 gekennzeichnet dadurch, daß
 die Reflektivität bei dem betrachteten Extremwert der
 Fabry-Perot-Oszillationen zur Bestimmung der Prozeßtem-
 peratur herangezogen wird.

25 7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
 gekennzeichnet dadurch, daß
 die Prozeßzeit bis zum betrachteten Extremwert der
 30 Fabry-Perot-Oszillationen zur Bestimmung der Schicht-
 Wachstumsrate herangezogen wird.

35 8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
 gekennzeichnet dadurch, daß
 bei zuvor ermittelter Prozeßtemperatur die Reflektivität
 beim betrachteten Extremwert der Fabry-Perot-

Oszillationen einer ternären Schicht zur Bestimmung von deren Zusammensetzung herangezogen wird.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, gekennzeichnet dadurch, daß die Beleuchtungsenergie in einem Bereich gewählt wird, in dem die Temperaturabhängigkeit des Realteils der dielektrischen Funktion der beteiligten Materialien monoton ist.

Zusammenfassung

Verfahren zur Messung von Kennwerten, insbesondere der Temperatur eines mehrschichtigen Materials während des Schichtenaufbaus

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Messung von Kennwerten, insbesondere der Temperatur eines mehrschichtigen Materials während des Schichtenaufbaus, insbesondere eines Halbleiterschichtsystems während der Epitaxie, bei konstanten Prozeßbedingungen.

Bisher bekannte Verfahren unter Verwendung von Thermoelementen oder Pyrometern sind ungenau. Andere verlangen die genaue Kenntnis der optischen Eigenschaften des verwendeten Materials.

Nach dem Verfahren wird das Material mit einer konstanten Beleuchtungsenergie beleuchtet, seine Reflektivität über der Zeit gemessen und daraus die Lage eines Extremwertes der Fabry-Perot-Oszillationen der jeweiligen Schicht bestimmt, aus der die Schicht-Wachstumsrate und anhand vorermittelter Vergleichswerte die Prozeßtemperatur und/oder die Schichtzusammensetzung ermittelt wird.

Das Verfahren kann in-situ bei der metallorganischen Gasphasenepitaxie (MOVPE), Molekularstrahlepitaxie (MBE) oder ähnlicher Verfahren angewandt werden und ermöglicht die Bestimmung der Proben temperatur unter Standardwachstumsbedingungen.

5